|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Instrumentalanalytisches Grundpraktikum  **Umkehrphasen HPLC von Wasserrückständen** | | | |
| **Name:** | Florian Kluibenschedl | **Gruppe:** | 6 |
| **Matrikelnummer:** | 11805747 | **Datum Durchführung:** | 07.01.2020 |
| **Abgabe/Korrektur:** |  | **Datum Abgabe:** | 15.01.2020 |
| **Literatur:** | siehe angehängtes Protokoll!! | | |
| **Dozent, Tutoren:** | o.Univ.-Prof.Mag.Dr.Dr.h.c. Günther K. Bonn, … | | |

|  |  |
| --- | --- |
| 1. **Theoretischer Teil** | |
| **Schematischer Aufbau der Apparatur** | siehe angehängtes Protokoll!! |
| **Unterschied normal phase/reversed phase** | siehe angehängtes Protokoll!! |
| **Van-Deemter Gleichung (Skizze und Interpretation der einzelnen Variablen)** | siehe angehängtes Protokoll!! |

|  |  |
| --- | --- |
| **Kenngrößen der Chromatographie (Totzeit, Retentionszeit, Nettoretentionszeit, Retentionsfaktor, Auflösung, Selektivität, Trennstufenzahl, Trennstufenhöhe, Peaksymmetrie)** | siehe angehängtes Protokoll!! |
| **Woher kommen pharmazeutische Verunreinigungen in Abwässern und Gewässern?** | siehe angehängtes Protokoll!! |
| **Welches Problem besteht für die Umwelt?** | siehe angehängtes Protokoll!! |

|  |  |
| --- | --- |
| 1. **Praktischer Teil** | |
| **1. Geräteparameter:** siehe angehängtes Protokoll!! | |
| *HPLC-System* |  |
| *Software* |  |
| *Säule* |  |
| *Länge der Säule* |  |
| *Innendurchmesser der Säule* |  |
| *Mobile Phasen* |  |
| *Eluentenzusammensetzung* |  |
| *Fluss* |  |
| *Druck* |  |
| *Temperatur* |  |
| *Injektionsvolumen* |  |
| *Detektoreinstellungen* |  |
| *Totzeit inkl. Bestimmung* |  |

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **2. Qualitative Analyse:** | | | | | | |
| **a.) Verwendete Chemikalien/Reagenzien:** siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | | |
| **Chemikalien** | | **CAS Nummer** | | **Reinheit** | **MW / (g/mol)** | **Lieferant** |
| Carbamazepin (Analyt) | |  | |  |  |  |
| Ibuprofen (Analyt) | |  | |  |  |  |
| Naproxen (Analyt) | |  | |  |  |  |
| Estron (Analyt) | |  | |  |  |  |
| Estradiol (Analyt) | |  | |  |  |  |
|  | | | | | | |
| ***Abbildung - Strukturen der Analyten:*** siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | | |
|  | | | | | | |
| *Abbildung 1: Bildunterschrift.* | | | | | | |
| **b.) Ermittlung optimale Laufmittelzusammensetzung:** siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | | |
| *Kurze Beschreibung der Aufgabe und der Vorgehensweise* | | |  | | | |
| *Welche Eluentzusammensetzungen wurden getestet?* | | |  | | | |
| *Optimale Eluentzusammensetzung inkl. Begründung* | | |  | | | |
|  | | | | | | |
| **c.) Qualitative Analyse – Identifizierung der Peaks** siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | | |
| *Kurze Beschreibung der Aufgabe und der Vorgehensweise* |  | | | | | |
|  | | | | | | |

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **d.) Ergebnisse der qualitativen Analyse (Einzelstandard 50 ppm)** siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | |
| **Peak Nr.** | **Analyt** | **t0 /min** | **tR /min** | **tN /min** | **k** |
| 1 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |
|  | | | | | |
| **e.) Ergebnisse der qualitativen Analyse (im Pharmazeutika-Mix 50 ppm)** siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | |
| Peak Nr. | **Analyt** | **t0 /min** | **tR /min** | **tN /min** | **k** |
| 1 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |
|  | | | | | |
| **f.) Chromatogramm des Pharmazeutika-Mix** siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | |
|  | | | | | |
| *Abbildung 2: Bildunterschrift.* | | | | | |

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **g.) Ergebnisse chromatographischer Parameter** siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | | | | |
| **t0 /min** | | |  | | **L / µm** | |  | |
|  | | | | | | | | |
| **Peak Nr.** | **Analyt** | | | **tR /min** | **w / min** | **N** | | **H / µm** |
| 1 |  | | |  |  |  | |  |
| 2 |  | | |  |  |  | |  |
| 3 |  | | |  |  |  | |  |
| 4 |  | | |  |  |  | |  |
| 5 |  | | |  |  |  | |  |
|  | | | | | | | | |
| **Auflösung** | | **tRI /min** | | **tRII /min** | **wI / min** | **wII / min** | | **R** |
| Peak 1 / Peak 2 | |  | |  |  |  | |  |
| Peak 2 / Peak 3 | |  | |  |  |  | |  |
| Peak 3 / Peak 4 | |  | |  |  |  | |  |
| Peak 4 / Peak 5 | |  | |  |  |  | |  |

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **3. Quantitative Analyse:** | | | | | | | | | | | | | |
| **a.) Erstellung einer Kalibriergerade für *Substanz*:** siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | | | | | | | | | |
| *Beschreibung der Durchführung:* | | | | |  | | | | | | | | |
|  | | | | | | | | | | | | | |
| *Herstellung Kalibrierstandard:* siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | | | | | | | | | |
| **cStd./ ppm** | | | **Vges / ml** | | | | | **CUr-Std. / ppm** | | | | | **VUr-Std.  / ml** |
|  | | |  | | | | |  | | | | |  |
|  | | |  | | | | |  | | | | |  |
|  | | |  | | | | |  | | | | |  |
|  | | |  | | | | |  | | | | |  |
|  | | |  | | | | |  | | | | |  |
|  | | | | | | | | | | | | | |
| *Messung Kalibrierstandard:* | | | | | | | | | | | | | |
| **cStd./ ppm** | | | | | **tR / min** | | | | | **Peakfläche** | | | |
| 10 | | | | | 2.254 | | | | | 852.56478 | | | |
| 10 | | | | | 2.244 | | | | | 851.82837 | | | |
| 10 | | | | | 2.243 | | | | | 897.52515 | | | |
| 20 | | | | | 2.252 | | | | | 1802.90051 | | | |
| 20 | | | | | 2.247 | | | | | 1759.14392 | | | |
| 20 | | | | | 2.245 | | | | | 1758.21021 | | | |
| 30 | | | | | 2.246 | | | | | 2712.86621 | | | |
| 30 | | | | | 2.250 | | | | | 2665.03857 | | | |
| 30 | | | | | 2.251 | | | | | 2705.32861 | | | |
| 40 | | | | | 2.243 | | | | | 3515.59009 | | | |
| 40 | | | | | 2.252 | | | | | 3511.57788 | | | |
| 40 | | | | | 2.241 | | | | | 3557.95532 | | | |
| 50 | | | | | 2.245 | | | | | 4439.73486 | | | |
| 50 | | | | | 2.247 | | | | | 4444.31152 | | | |
| 50 | | | | | 2.239 | | | | | 4442.79785 | | | |
| **b.) Darstellung der Kalibriergerade** siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | | | | | | | | | |
|  | | | | | | | | | | | | | |
| *Abbildung 3: Bildunterschrift.* | | | | | | | | | | | | | |
|  | | | | | | | | | | | | | |
| **Steigung b** | | | **89.05** | | | | | **Ordinatenabschnitt a** | | | | | **-10.314** |
| **Bestimmtheitsmaß R2** | | | **0.9995** | | | | | **Reststandardabweichung sy** | | | | | **28.81** |
| **Freiheitsgrade df** | | | **13** | | | | |  | | | | |  |
|  | | | | | | | | | | | | | |
| **c.) Bestimmung der Probe** | | | | | | | | | | | | | |
| **Probe Nr.** |  | | | **Substanz** | | |  | | | | **t0 / min** |  | |
| **Nr.** | **tR / min** | **Peakfläche** | | | | **cProbe / ppm** | | | **w / min** | | **Kapazitätsf. k** | | **Peaksymmetrie T** |
| *1* | *2.266* | *3715.58032* | | | | *41.84* | | | *0.0592* | | *1.561* | | *1.3* |
| *2* | *2.265* | *3713.09033* | | | | *41.81* | | | *0.0590* | | *1.560* | | *1.1* |
| *3* | *2.259* | *3880.03760* | | | | *43.69* | | | *0.0608* | | *1.556* | | *1.4* |
| *Mittelwert* | *2.263* | *3769.56942* | | | | *42.45* | | | *0.0597* | | *1.559* | | *1.3* |
|  | | | | | | | | | | | | | |
| **d.) Chromatogramme der Probemessung** siehe angehängtes Protokoll!! | | | | | | | | | | | | | |
|  | | | | | | | | | | | | | |
| *Abbildung 4: Bildunterschrift .* | | | | | | | | | | | | | |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **e.) Bestimmung der Probenkonzentration mit Vertrauensbereich Tx** | | | |
| **Berechnung Verfahrensstandardabweichung** | |  | |
| **Reststandardabweichung sy** | *28.81* | **Steigung b** | *89.05* |
| **Anzahl an Kalibriermessungen n** | *15* | **Anzahl an Probemessungen m** | *3* |
| **Probensignal y0** | *3769.57* | **Mittelwert der Kalibriersignale** | *2661.16* |
| **Quadratsumme Qxx** | *3000* | **Standardabweichung sx** | *0.217* |
|  | | | |
| **Ergebnis (in Standardform):**  Die Wasser-Proben enthält (42.5 ± 0.5) ppm (N = 15, m = 3, s = 0.217 ppm, α = 0.05) an Carbamazepin . | | | |
|  | | | |

|  |
| --- |
| **Diskussion** siehe angehängtes Protokoll!! |
| *Beobachtungen und Bemerkungen:* |